

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(4)

(11) Publication number : 63-270385

(43) Date of publication of application : 08.11.1988

(51) Int.CI

C30B 15/14
C30B 29/16
C30B 29/30
H01L 41/18

(21) Application number : 62-106771

(71) Applicant : HITACHI METALS LTD

(22) Date of filing : 30.04.1987

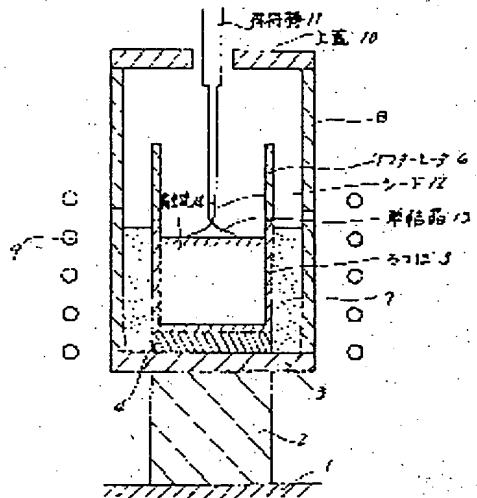
(72) Inventor : KATAYAMA SHUJI
NITANDA FUMIO
ABIKO NORIHISA

(54) PRODUCTION OF OXIDE SINGLE CRYSTAL

(57) Abstract:

PURPOSE: To obtain an oxide single crystal without cracking or bending with good reproducibility, by providing a specific temperature gradient to a part just on a melt of a raw material for an oxide single crystal charged into a crucible and pulling up and growing a crystal.

CONSTITUTION: A raw material for an oxide single crystal, e.g. a raw material consisting of LiTaO₃, in an amount of about 13kg is charged into a crucible 5 having about 150mm diameter, about 150mm height and about 2mm thickness and temperature is adjusted to about 1,290° C to melt the raw material. An opening area between the upper lid 10 and holding rod 11 is adjusted to keep the temperature gradient in a part 5mm above a melt 14 to 46W75° C/cm, e.g. 68° C/cm. On the other hand, a seed 12 which is LiTaO₃ single crystal and has a pulling up direction of X-axis is attached to the lower end of the holding rod 11, which is then lowered to contact the melt. The seed is subsequently pulled upward while being rotated to grow a crystal, which is then cut off from the melt and cooled. As a result, the aimed single crystal 13 of good quality without causing cracking and bending is obtained.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑪ 公開特許公報 (A)

昭63-270385

⑤Int.Cl.⁴C 30 B 15/14
29/16
29/30

H 01 L 41/18

識別記号

101

厅内整理番号

8518-4G
8518-4G
8518-4G

A-7131-5F

⑩公開 昭和63年(1988)11月8日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑪発明の名称 酸化物単結晶の製造方法

⑫特願 昭62-106771

⑬出願 昭62(1987)4月30日

⑭発明者 片山秀志 栃木県真岡市松山町18番地 日立金属株式会社電子部品工場内

⑭発明者 二反田文雄 栃木県真岡市松山町18番地 日立金属株式会社電子部品工場内

⑭発明者 安孫子則久 栃木県真岡市松山町18番地 日立金属株式会社電子部品工場内

⑮出願人 日立金属株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目1番2号

明細書

1. 発明の名称 酸化物単結晶の製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) るつぼ内に装入した酸化物単結晶の原料をるつぼに入れ高周波電力により溶融し、融液にシード(種結晶)を接触させた後、シードを引き上げて所定の酸化物単結晶を所定の長さ育成し、育成終了後前記融液から切り離して冷却する工程を有する酸化物単結晶の製造方法において、前記るつぼ内融液直上5mmの温度勾配を4.6℃/cm以上でかつ7.5℃/cm以下になるようにして結晶を引き上げ育成することを特徴とする酸化物単結晶の製造方法。

(2) 上記酸化物単結晶はLiTaO₃で、引き上げ方向はX軸又は36°Y軸であることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の酸化物単結晶の製造方法。

(3) 上記酸化物単結晶はLiTaO₃で、結晶直径が7.8mmから9.3mmの範囲で、引上げ方向はX軸又は36°Y軸であることを特徴と

する特許請求の範囲第1項記載の酸化物単結晶の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明はLiTaO₃酸化物単結晶(以下単結晶という)を製造する方法に係り、特に例えば表面波弾性波子等の圧電体基板として用いられるものに関するものである。

〔従来の技術〕

単結晶を引き上げ法により育成する場合、一般に得られる結晶の品質はるつぼ内の融液近傍の温度分布の誤差が大きいことが知られている。結晶のクラック等の欠陥を少なくする為には融液直上の温度勾配をゆるくすることが必要であることが知られている。

例えば、特公昭55-3312号公報には、良質の単結晶を得る為には、るつぼ内融液直上5mmの温度勾配を4.5℃/cm以下にし、前記融液直上3.0mmの温度勾配を2.5℃/cm以上になるようにして結晶を引き上げ作成することを特徴と

する単結晶の製造方法が開示されている。

〔発明が解決しようとする問題点〕

しかしながら、上述のような従来の製造方法で育成しようとするとアフターヒータや保温系の保温を良くし融液上5mmの温度勾配をゆるくする必要があるが、逆に融液上30mmの温度勾配はきつくする必要があり、両方の条件を満たすには、アフターヒータや保温系の調整が難しいのが現状である。

本発明は上記の点に鑑み、簡単な構造のアフターヒータや保温系を用いて、クラックと曲がりの無い単結晶の製造方法を提供することを目的とするものである。

〔問題点を解決するための手段〕

本発明の酸化物単結晶の製造方法は、上記目的達成のため、るっぽ内に装入した単結晶の原料を高周波電力により溶融し、融液にシードを接触させた後、シードを引き上げて所定の直径にし、所定の長さ育成し、育成終了後前記融液から単結晶を切り離して冷却する工程を有する

炉の構造を示すものでコンピュータ制御により単結晶が育成されつつある状態を示す説明図である。

炉体底部1の上に受台2、アルミナ台3、るっぽ受け台4があり、さらにその上にイリジウム製のるっぽ5と同じくイリジウム製のアフターヒータ6がある。るっぽの周囲にはジルコニアバブル7と保温筒8があり、さらに外側に加熱用高周波コイル9があり、保温筒上部には上蓋10がある。保持棒11にシード12が保持されておりシード12の下に育成中の単結晶13がありさらにその下には融液14がある。

上記のような単結晶の引き上げ方式により、単結晶の育成を行った実施例を次に説明する。

前記のようにして直径が150mm、高さが150mm、厚さが2mmのるっぽ5内にLiTaO₃からなる原料13kgを装入し温度を1290℃にし原料を溶融した。また上蓋10と保持棒11との間の開口面積を調整することにより、融液上5mmの温度勾配を6.8℃/mmとなるようにし

ものにおいて前記るっぽ内の融液直上5mmの温度勾配を4.6℃/mm以上でかつ7.5℃/mm以下にすることにより、直径75mm以上の単結晶をクラックや曲がりを発生させることなしに高歩留で育成することができるようとしたものである。

〔作用〕

第1回は単結晶のクラックや曲がりに大きく効くと推定される融液面から融液上5mmの温度勾配と直径80mmの単結晶のクラックの有無、曲らずに伸びた結晶の長さの関係を明らかにするものである。第1回によれば結晶の長さを70mm以上にするためには融液上5mmの温度勾配を4.6℃/mm以上にする必要のあることが知れる。また結晶にクラックが発生しないようにするためには、融液上5mmの温度勾配を7.5℃/mm以下である必要があることが知れる。

〔実施例〕

以下実施例によって本発明を詳説する。

第2回は本発明を実施するための単結晶育成

た。一方、保持棒11の下端にLiTaO₃、単結晶で引き上げ軸方向がX軸であるシード12を取り付け、保持棒11を下降させ融液に接触させた後、シードを回転させながら上方に3mm/hの速度で引き上げ結晶を直径80mm、長さ95mmまで成長させ融液と結晶を切り離し冷却した。この結果、クラックの発生が無く曲がりの無い良質の4000gの単結晶13を得ることができた。

これに対して上蓋10と保持棒11の間隔を広げ、融液上5mmの温度勾配を8.0℃/mmとなるようにして、上記と同様にして同様な寸法の単結晶を育成したところ冷却中にクラックが生じた。また上蓋10と保持棒11の間隔を狭くして、融液上5mmの温度勾配を3.0℃/mmとなるようにして、上記と同様にして同様な寸法の単結晶を育成したところクラックは生じなかつたものの結晶上端から30mmの付近から曲がりが発生してしまい結晶上部しか製品として使用できなかった。

〔発明の効果〕

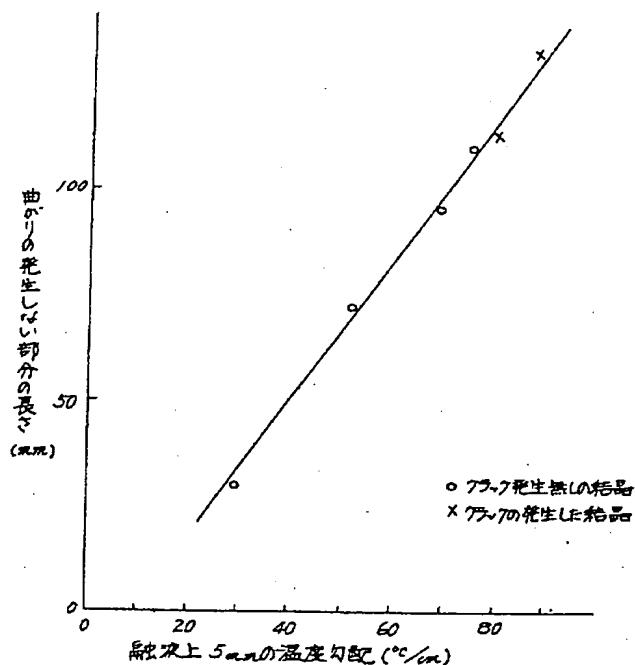
上述のように本発明は、炉内の温度勾配を適切にすることにより再現性良くクラックが無く曲りの無い単結晶を容易に得ることができる。

4. 図面の簡単な説明

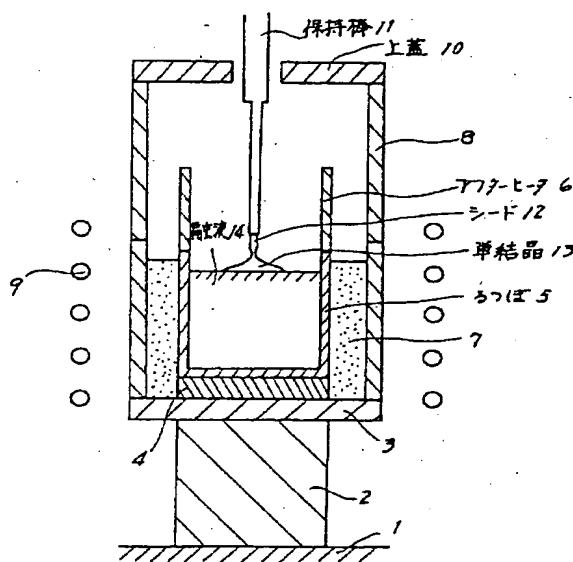
第1図は単結晶作成における融液直上5mmの温度勾配と曲がりの発生しない部分の長さ、クラック発生の有無との関係を示す特性図。第2図は本発明の実施例の一例の単結晶育成炉の構造を示す説明図である。

5: るつぼ、6: アフターヒータ、10: 上蓋 11: 保持棒、12: シード、13: 単結晶

出願人 日立金属株式会社



第2図



手 統 補 正 書

昭和 62年 6月 26日

特許庁長官署



1. 事件の表示

昭和 62 年 特 許 願 第 106771 号

2. 発明の名称

酸化物単結晶の製造方法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住 所 東京都千代田区丸の内二丁目1番2号

名 称 (508) 日立金属株式会社
代表者 松野吉二



4. 補正の対象

明細書の「発明の詳細な説明」の箇

5. 補正の内容

別紙の通り

補正の内容

明細書の「発明の詳細な説明」の箇を下記の通り
訂正する。

記

1、明細書第5頁第17行の「1290℃」を「
1670℃」に訂正する。

以上